NRS-2000 使用方法 rev.10-2

2009/07/02

はじめに

このマニュアルを読んでも分からない場合は、チラーの上の棚にある取扱説明書を読むこと。それでも分からない場合は習熟者に聞くこと。装置の故障などを防ぐため、決して勝手な操作はしないようにする。そして、ささいな異常でもログとして残すこと。

システム概要

ラマン分光システム (NRS-2000, JASCO)の構成
<A> Ar+-Kr+水冷式ガスレーザー (Stabilite 2018-RM, Spectra Physics) [レーザー2018]
<B> 水冷イオンレーザ用　熱交換器 (315A-2S, Spectra Physics) [チラー315]
<C> ラマン分光器 (NRS-2000, JASCO)
<D> データ取り込み・制御 PC (OS = WindowsXP, EPSON DIRECT)　[PC]
（<A>は 3 相 200 V [動力 7]に、<B>は 3 相 200 V [動力 8]に接続されている。
<C><D>は単相 100 V に接続されている。）
<E> ND フィルター

図 1:ラマンシステム

NRS-2000 の構造

トリプル分光器　前段のダブル分光器(S1-S3　間)が「フィルター」の役目、後段のシングル分光器(S5 後)が「分光測定」の役目

最後に CCD 検出器(LN/CCD-1100PB, Princeton Instruments)、横 1100 ピクセル

焦点距離 f=400 mm、回折格子　1800 本/mm

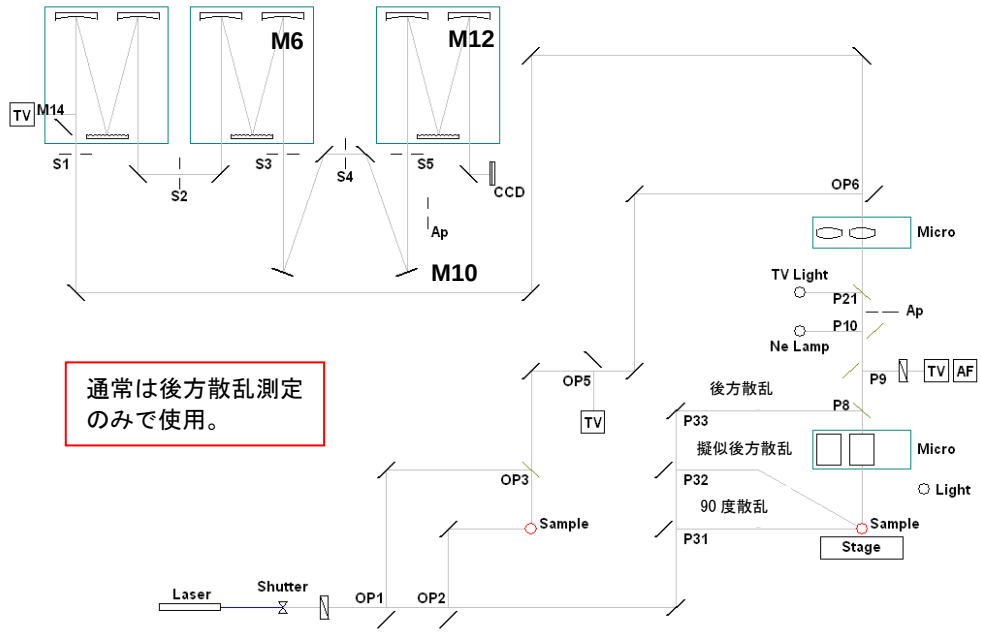


図 2：NRS-2000 の光路図

web 予約

NRS-2000 の利用にあたって、以下のサイトにて予約を行う必要がある。

http://nanotechnet2.t.u-tokyo.ac.jp/reservation/list.php?id_equipment=2

新規のユーザーは、[Add a user for this apparatus]でアカウントを作り、[Make a reservation on this day]から予約をする。

<<注意>>

・　ユーザー登録の際に入力するパスワードが予約・キャンセルをする際に必要になる。

鍵の借り方

工学部 9 号館 1 階の事務室にて、126B の鍵を借りてください。

利用時間は、**午前 9 時から午後 6 時**までです。

使用手順概要

1. 水冷ガスイオンレーザの立ち上げ

1.1. ログを記入する

ログに日付、開始時刻、所属研究室、氏名を記入する。この後の手順で、使用前出力、使用後出力、最大電圧、最大電流、使用波長、終了時刻、使用時間、コメントを順次記入していく。

<<注意>>

- レーザー2018 の状態を把握するために、必ずログに記入すること。

1.2. レーザーのブレーカーを入れる

ブレーカー7(動力7)を ON にする。

[確認]

- レーザー2018 の電源 2550 に緑のランプが点灯する。
- レーザーのコントローラ 2670 に Water Flow のランプが点灯する。
  （レーザーに水が流れていないことを表す）

1.3. チラーでレーザーに冷却水を流す

ブレーカー8(動力8)を ON にして、水道管を 315-Out→315-In の順に開く。そして、チラー315 のスイッチを ON にする。

[確認]

- レーザーのコントローラの Water Flow のランプが消灯する。

<<注意>>

- 配管に圧力を加えて装置に負担をかけないために、必ず 315-Out→315-In の順に水道管を開く。

<メモ>

- 315-Out は開いたままの場合もある。その場合、315-In を開くだけでよい。

1.4. レーザーが冷却されるのを待つ

レーザーの熱交換器が冷えるまで5分間待つ。

[確認]

- チラーの裏の現在温度の表示が約 22°C になっている。

<<注意>>

- 126B 室には水冷式レーザが他に数台設置されている。場合によっては 1 台あたりの供給水量が不足する可能性もあり他装置が運転中の場合には適宜冷却水の温度を確認すること。

1.5. レーザーを発振させ出力させる

[確認]

- コントローラのスイッチ、つまみが**初期状態**であることとコントローラ上部の Water Flow などのインターロックのランプが点灯していないことを確認する。

コントローラのキースイッチを 90 度回し、PLASMA ON にする。キースイッチを回した直後のレーザー発振する前の最大電圧値をログに記入する。

図 3：レーザーコントローラー

	初期状態	説明
CURRENT ノブ	最小	電流量を変化させる
METER ノブ	VOLTS	コントローラのメーターの表示を切り替える
POWER ノブ	最小	出力を変化させる
MODE	CUR	CUR（電流一定）か POWER（出力一定）かを切り替える
RANGE	2W	表示レンジの切り替え。**触らない。**
HEAD	A	**触らない。**
CONTROL	REMOTE	レーザーの制御の仕方の切り替え。**触らない。**
キースイッチ	0	レーザーの電源の ON/OFF

[確認]

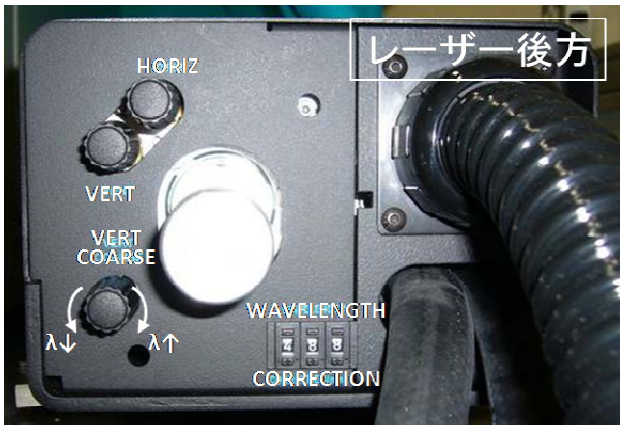
- 30 秒ほど経つと、レーザー発振する。

<メモ>

- レーザー出力が安定するまで 10-20 分ほどかかる。
- 488 nm、514.5 nm の出力の大きい波長は出力が安定した後、[MODE]を[CUR]（電流一定）から[POWER]（出力一定）にして使用するとよい。
- 488 nm、514.5 nm の波長のレーザーは、ビームのプロファイルを取ると、真ん中の光が弱くなりがちなので、APERTURE を 3 か 4 へ入れること。他の波長 568 nm などでは AP OPEN で使用する。
- もし、発振しない場合はシャッター閉じたまま VERT COARSE を回しながら HORIZ を回すことで何かしらのラインが発振するはず。これは、前の使用者が出力の強くない発振波長を用いた時に起きやすい。ゆえに、後の人のことも考えて、測定終了時には 488 や 514.5 などの強い発振線に波長を戻す。

1.6. レーザーの発光強度を最大に調節する

レーザーが安定した後、VERT COARSE を回して散乱光が最も強く見えるように調節する。そして、 [METER]の表示を[WATTS]、[MODE]を[CUR]にして、VERT と HORIZ を回して、メーターでの出力値が最大になるようにする。



・VERT COARSE
波長変える。右回し λ↑、左回し λ↓
・VERT
後方ミラーの垂直方向
・HORIZ
後方ミラーの水平方向
・WAVELENGTH CORRECTION
波長ごとに[METER]で表示させる
数値を較正する

図 4：レーザー後方

[確認]

- CURRENT ノブ、POWER ノブ最小のときにレーザー出力は 60m W（1 目盛半）程度になる。

<<注意>>

- レーザー光を直接見ないように、引き出しの中にあるレーザー保護めがねをはめて調節すること。

2. NRS-2000 の立ち上げ

2.1. 検出器を冷やす

126B 室内にある容器（120 L）から液体窒素をデュワー瓶に移し、本体後方上部の CCD 冷却用液体窒素入れに備え付けの針金付の漏斗を用いて入れる。入れ終えたら、ふたを軽く閉める。

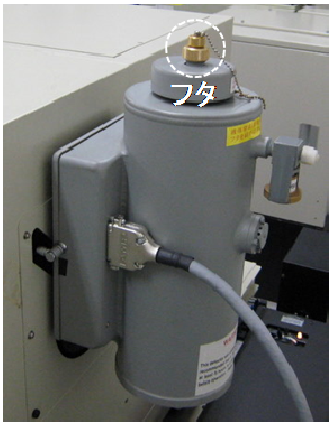


図 5：CCD 冷却用液体窒素入れ

<注意>

- 容器内圧力が高くなりすぎてしまうので、ふたをきつく閉めない。
- NRS-2000 の上に、物を置かない。

<メモ>

- 液体窒素溜め内が空の状態から冷えるまで 10 分程かかる。
- 液体窒素を入れないとシグナルが全く取れない。
- 120 L の容器が空もしくは残りわずかの場合は、指定の場所に出して充填してもらう。このとき運搬は、必ず **2 名以上**で行うこと。また、その旨をメーリングリストに報告すること。

2.2. 分光器、PC の電源を入れる

架台の右手前の分光器のスイッチを ON にした後、制御 PC 本体の電源を ON にする。

<メモ>

- 先に分光器のスイッチを ON にしないと、制御 PC との SCSI 通信が行われない。結果、PC で制御できなくなってしまうので、この場合、一度、PC と分光器の電源を OFF にする必要がある。
- NRS-2000 のコントローラ（架台の下にあるユニット）は常に ON なので、そのままでよい。

2.3. スペクトルマネージャーを立ち上げる

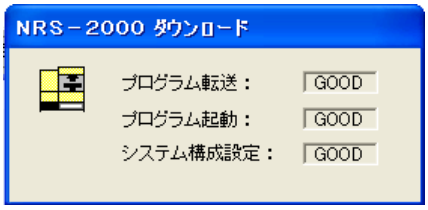
図 6(a)の[Spectra Manager]のアイコンをダブルクリックし、スペクトルマネージャーを立ち上げ、メニューバー[装置]→[起動]→[NRS-2000 CCD 測定]をダブルクリックで測定用のウィンドウが開く。

<メモ>

- 前回測定者の測定波数範囲に 100 cm^{-1} 未満の波数が含まれたとき、起動直後に「危険波数領域に入ります」というメッセージが出るが、分光器には光が照射されていないので気にせず先に進む。
- 試料室の window を開ける[P Window スイッチ]はスペクトルマネージャが起動しないと機能しない。

(a)

(b)



(c)

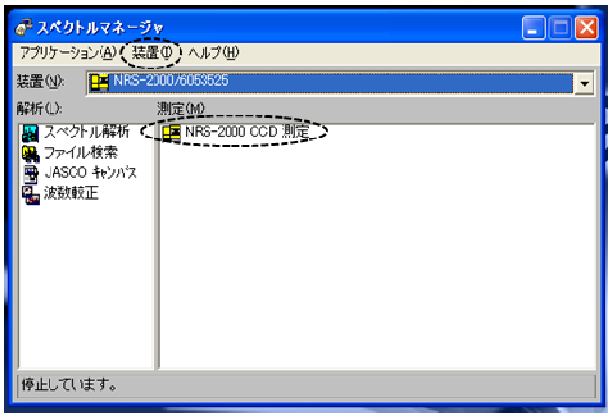


図 6：(a) Spectra Manager アイコン (b) 起動中のウィンドウ
(c) スペクトルマネージャウィンドウ

2.4. 使用するラマンのモード（ミクロ or マクロ）を選択する

測定用ウィンドウのメニューバー[装置設定]→[システム構成]でミクロを選択する。

<メモ>

・ 当面はミクロ測定のみ利用可能。

2.5. 試料ステージ上にサンプルをセットする

ステージの下にある[P Window]のボタンを押し、試料ステージの扉を開き、対物レンズ下にサンプルを置く。

図 7：試料室扉、ライト制御スイッチ

<<注意>>

・ 決してサンプルと対物レンズを接触させないようにする。

<メモ>

・ 扉が開いているとき、インターロックがかかりサンプルにレーザーが照射されない。

2.6. サンプル表面にピントを合わせる

対物レンズ×10 から順にピントを合わせていく。メニューバー[測定]→[装置調整]→[モニタタブ]で TV キャプチャーを立ち上げる。図 8(a)のアパーチャ（P11）を[IN]にすると、図 8(c)のような TV ライトの円が現れるので、円の縁がはっきり見えるように調節する。そのときサンプル表面にピントが合う。

[確認]

- 試料室の扉を閉じ、レーザー光が入射されるとTVライトの円の中心に明るい点が現れる。

(a) (b) (c)

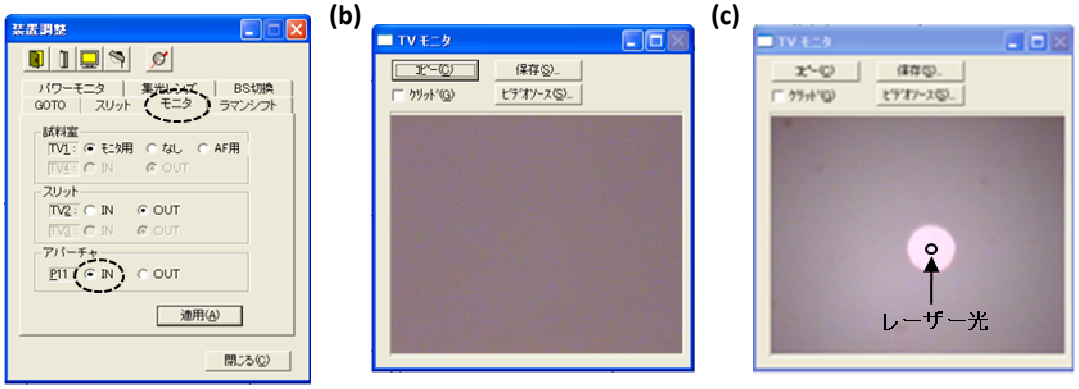


図 8：(a) 装置調整ウィンドウ(b) アパーチャ OUT (c) アパーチャ IN

<メモ>

- TV モニタウィンドウ、もしくは装置調整ウィンドウを閉じると、自動的にレーザーのシャッターが閉まる。
- 通常、顕微鏡倍率×100 のとき半径 4μm の範囲にレーザーが照射される。
- TV モニタを立ち上げると、減光器の設定が自動的に[シャッター]から[減光器 5]になる。(つまりサンプルにレーザーが照射される)

2.7. レーザー出力調整

メニューバー[測定]→[装置調整]→[パワーモニタタブ]にし、おおよその出力を計りながら、レーザーのコントローラの[POWER]、[CURRENT]のつまみをゆっくり回し、所望の出力、電流値にする。このとき減光器も自分の測定に使う強さに変えて調節する。調節後、レーザーコントローラの出力値(使用前出力)、使用波長をログに記入する。

図 9：減光器ウィンドウ

<メモ>

- 488 nm、514.5 nm の出力の大きい発振波長では POWER MODE に切り替えてもよい。パワーモニタの画面で示される値の約 **1/10 の値**がサンプルに照射されるレーザーの出力である。

3. 測定

3.1. 測定パラメータの設定

メニューバー[測定]→[サンプル測定]を選び、[基本タブ]で、露光時間、積算回数、中心波数などを設定し、[システムパラメータタブ]で減光器を設定する。

<メモ>

- 中心波数を指定する以外に、波数範囲を指定して測定することも可能。
- 出力調整の際などに減光器を変更していても、[システムパラメータタブ]で減光器の種類を変更しないと測定の際に減光器が変更されない。

3.2. ラマン波形の測定

[測定開始]をクリックすると、測定される。

<<注意>>

- 測定範囲に 100 cm^{-1} 以下の範囲が含まれるときは、図 10 のような警告が測定用ウィンドウの下に現れ、はいをクリックしないと測定が開始されない。
- CCD に励起波長付近の強い光を入れることは、CCD の故障の原因となるので、気をつけて行うこと。肉眼で太陽を見るようなもの。

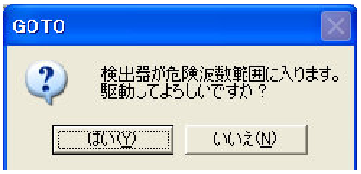


図 10：波数範囲を変える際の警告

3.3. データの保存

測定終了後、ラマン解析のウィンドウが表示される。メニューバー[ファイル]→[名前を付けて保存]でデスクトップの User フォルダ中にデータを保存する。

<メモ>

- この画面では、ピーク検出、データ処理、補完、横軸のキャリブレーションなどが可能。詳しくは、ソフトウェア取扱説明書を参照。
- 保存せず、ラマン解析画面を閉じてしまうと、データ保存ができない。

4. 立ち下げ

4.1. NRS-2000 と制御 PC の立ち下げ

サンプルを取り出し、ラマン測定用のソフトを閉じる。保存したデータを NRS-2000 用と書いてある USB メモリで部屋の脇にある PC を使って、自分の USB メモリなどに移し変える。その後、制御 PC の電源を落とし、分光器のスイッチを OFF にする。

<<注意>>

- 制御用 PC に挿す USB メモリは必ず NRS-2000 用と書いてある USB メモリのみとする。

<メモ>

- 分光器のスイッチを OFF にすると、試料ステージの扉が開かなくなるので、再度開くには、2.3 のようにスペクトルマネージャを立ち上げる必要がある。

4.2. レーザーの立ち下げ

終了時の出力をログに記入する。CUR MODE にして、[POWER]([CURRENT])のつまみをゆっくりと最小にして**初期状態**にし、キースイッチを 0 にする。その後、冷却水を流したまま 15 分程待つ。

<<注意>>

- レーザーチューブが熱い状態で冷却水を止めると、レーザーチューブの寿命が短くなったり、発振しなくなったりします。完全に冷却するように、必ず 15 分待つこと。
- レーザーチューブの寿命を短くしてしまうので、POWER MODE のままレーザーの電源は落とさない。

4.3. チラーの立ち下げ

チラーの電源を OFF にし、水道管を 315-In→315-Out の順に止める。315-Out は開けたままでもよい。その後、動力 7 と 8 を OFF にする。

<<注意>>

- チラー内部の配管に圧力が加わり故障するので、315-In を開けた状態で 315-Out を閉めないこと。

4.4. ログの記入

終了時刻などを記入して、終了。

[確認]

- 日付、開始時刻、終了時刻、使用時間、所属研究室、氏名、使用前出力、使用後出力、最大電圧、最大電流、使用波長、コメントがすべて記入してあることを確認する。

<<注意>>

- コメント欄には、何も異常なく使用できたときは OK と書くこと。また、ささいなことでもいつもと違う点、それに対して対処したことについても記述すること。

レーザー波長の変更

このラマンシステムでは、Ar+-Kr+水冷式ガスレーザーを使っているので、レーザー波長を変更することができる。

- **波長の変更**

  図 4 の VERT COARSE を回し、488 nm から Ar、Kr の発振線の数に合わせて、レーザー波長を変更していく。

  <注意>

  - 長波長に波長を変更する場合、小さな電流では VERT COARSE を回しても発振線観測できないので、電流を大きくする必要がある。
  - 上手く波長を変更できない場合は、発振線に合う毎に VERT と HORIZ を合わせて、出力を最大にしながら変更していくと上手く行きやすい。
  - 最後にレーザーを切るときは、必ず 488 nm にレーザー波長を戻してから電源を OFF にする。さもなければ、次の人が使うときにレーザー発振しない。

励起波長較正

レーザーの波長を変えた際やレーザーの中心波長と検出器の 0 cm^{-1} がずれてシグナルが小さい際などに波長較正を行う必要がある。

1. **前置分光器を合わせる**

   波長に応じて前置分光器のダイアルのところの表に書いてある値に、ダイアルを回して合わせる。たとえば、488 nm のときは 9.92 となる。

   [確認]

   - 正しく前置分光器のダイアルが調節できている場合は、モニタを表示させ、アパーチャーを IN にした際に、レーザー光が中心に来ている。

   <<注意>>

   - 表に書いてない波長の場合は自身でダイアルを回して適当な値に調節する必要がある。その場合、[装置調整]でモニタを表示させ、アパーチャーを IN にしながら、レーザー光が TV ライトの円の中心に来るようにダイアルを調節する。
   - 前置分光器の前の扉を全開にすると、インターロックがかかりレーザー光が遮断される。

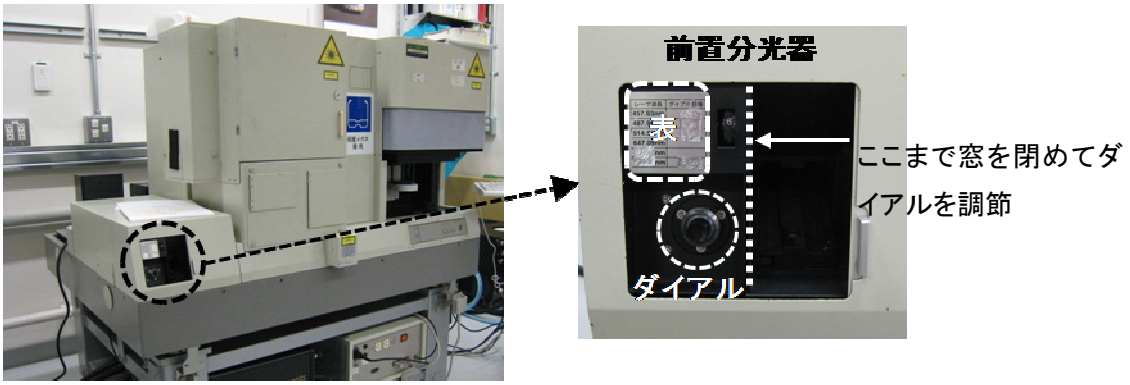


図 11：前置分光器

2. **測定波長を正しく設定する**

メニューバー[装置設定]→[初期設定と較正]でウィンドウを開き、[波長・波数登録タブ]の励起波長の欄に Ar や Kr の発振線を調べ、正確な数値を入力する。たとえば、488 nm の波長の正確な値は 487.986 nm である。

<注意>

- この値が大きく違うと、0 cm^{-1} の位置が違うので全く測定できない。また、それにより、変更した波長が正しく変更できているかどうかが分かる。

3. **反射光がスリットの中心を通るように調節する**

(a) [GOTO タブ]で 0 cm^{-1} に移動し、積算時間を 1-2 sec に、減光器を[減光器 6]にする。

[確認]

- [GOTO タブ]で 0 cm^{-1} に中心波長を設定しようとすると、危険領域に入る旨の警告ウィンドウが出る。

<<注意>>

- シグナルが 100 を越すときはピントをずらすこと。前述の通り強い光は分光器に悪い。

(b) [同期補正タブ]の中のスリットをクリックし、スリット幅を狭くする。通常、(S1, S3, S5) = (200,200, 200)となっているので、まず S1、S3 のスリット幅を(50, 50, 200)に変え、ミラー選択で M6 を選択し、10 カウントずつ変えて、シグナルが最も大きくなるカウント値にする。

ミラー補正	S1	S3	S5
通常	200	200	200
M6 変更時	50	50	200
M10、M12 変更時	50	50	50
調整終了後	200	200	200

<メモ>

- シグナルが 100 を大きく越すときやスリット幅を変えて小さすぎるときはその都度ピントを調節して、適切なシグナルの大きさにする。

(c) S5 のスリット幅を(50, 50, 50)と変え、ミラー選択で M10 を選択し、同様にシグナルが最も大きくなるカウント値にする。

(d) ミラー選択で M12 を選択し、シグナルの形が 0 cm^{-1} に対称になるようにカウント値を変える。

(e) [GOTO タブ]で 700 cm^{-1} 程度に中心波長を戻して、スリット幅を(S1, S3, S5) = (200,200, 200)に戻す。

FAQ

o NRS-2000 が立ち上がらないんですが？

- 分光器のスイッチは ON になっていますか？

  架台の下にあるユニットだけでなく分光器のスイッチを ON にしないと立ち上がりません。
- 分光器の電源スイッチ→制御 PC の電源の順に ON していますか？

  制御 PC の電源を先に ON にしてしまうと NRS-2000 と同期しません。

o レーザーが出力されないのですが？

- レーザーのキースイッチを ON にしてから 30 秒ほど経っていますか？

  キースイッチを ON にしてからすぐには出力されません。
- 315-Out、315-In は共に開かれていますか？
- チラーの電源は入っていますか？

  Ar+-Kr+レーザーは水で冷やしながらでないと使用することはできません。
- レーザーのインターロックのランプは光っていませんか？

  チラーの電源を入れて少し時間がたたないと、レーザーが冷え始めません。少し、待ってレーザーの電源を ON にしてみてください。
- レーザーのミラーがずれていませんか？

  レーザーのミラーがずれているとき、発振しません。シャッター閉じたまま VERT COARSE を回しながら HORIZ を回すことで何かしらのラインが発振するはずです。これは、前の使用者が出力の強くない発振波長を用いた時に起きやすいです。

<注意>

・ レーザーが出力されなかった場合は、ミラーを調節して出力された場合でも必ずログに残すようにしてください。

o サンプルにレーザーが入射されないのですが？

- レーザーは出力されてますか？
- 試料台前の扉は閉まっていますか？

  扉が開いている場合、インターロックがかかりレーザーが入射されません。
- 正しい ND フィルターが入っていますか？

  レーザーの波長に合わせて ND フィルターを入れてください。通常は、ND フィルターは 488 nm の#3（フィルターなし）の位置になっています。
- 前置分光器の前の窓は開いていませんか？

  窓が開いている場合、インターロックがかかりレーザーが入射されません。
- 前置分光器の設定は合っていますか？

  励起波長較正のところでも書いたように、レーザーの波長に合わせて前置分光器のダイアルのところの表に書いてある値に、ダイアルを回して合わせてください。たとえば、488 nm のときは 9.92 です。
- NRS-2000 手前のレーザーを外部に取り出すためのスイッチが OUT になっていませんか？

  出力口が覆われているのでレーザーは出てきませんが、図 12 のスイッチが OUT になっていると、レーザーを外部に出力しようとするのでサンプルには入射されません。図らずも触れてしまって OUT になってしまうことがあるので、気をつけてください。

図 12：スイッチ

o シグナルのベースが大きすぎるのですが？

- CCD 冷却用の容器に液体窒素を入れていますか？

  常温ではシグナルのベースが最大の値になります。CCD が冷えるのにも時間がかかるので注意してください。

o あるべきピークが検出されないのですが？

- サンプルにレーザーは入射されていますか？
- スリットの中心を反射光が通っていますか？

  NRS-2000 内のミラーが大きくずれていて検出できないことがあります。励起波長較正の項の 3 のようにミラー補正をして、スリットの中心を通るようにしてください。
- 集光レンズの高さは合っていますか？

  NRS-2000 上部にある集光レンズの高さがずれていてシグナルが検出できないことがあります。GOTO で 0 cm^{-1} のシグナルを見えるようにして、図 13 の高さ調節つまみでレンズを少しずつ動かしピーク値が最大に位置にしてください。

<<注意>>

・ 集光レンズを動かした場合は必ずログに記入すること。

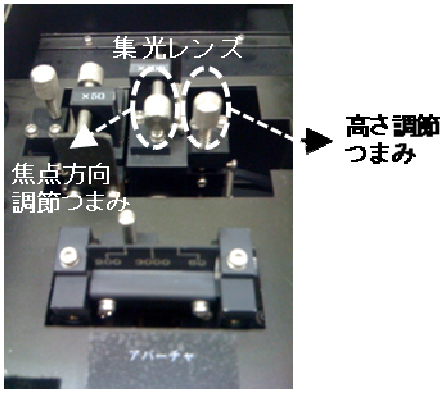


図 13：集光レンズ

最後に

くどいようですが、マニュアル、取扱説明書を読んでも分からないことは習熟者に聞くこと、異常があった場合は対処法も含めて書き残すこと、以上の二点は必ず守るようにしてください。共同利用の装置ですので、一人の勝手が全体の迷惑になります。宜しくお願いします。

レーザーアライアンス　NRS2000 ラマン分光器　利用規約

1. 利用資格

<<必須事項>>

- 東京大学構成員もしくは東京大学における研究を許可されている者(出入り許可者)。
- 利用者登録を受けた者。
- 東京大学におけるあらゆる実験上の安全規則を順守できること。設置場所である工学部の安全管理規定に従うこと。

*工学部 9 号館 126 号室は共同利用設備なので、他の利用者と協調的に利用すること。

<<満たしていることが望ましい>>

全学環境安全本部や他安全関連部局が開催する、環境安全講習会、レーザー安全講習会、低温講習会などが受講済であることを強く望む。

2. 利用手順

- 詳細な手順は、マニュアルに別途定める。
- マニュアルに書かれていない方法で利用する場合は、必ず管理者まで事前相談すること。(共同利用設備である為、復元可能な利用法でなければならない。)

3. 問題発生時の対処

- 利用中に発生した問題については、管理者に直ちに連絡し、絶対に放置しない。
- 事故時の対応は工学部の安全管理規則に従うこと。

4. 費用の発生

- メンテナンス・修理費用が発生する場合がある。受益者負担を原則とする。

5. 利用者登録抹消

- ６か月以上にわたって利用が無い者は利用者登録を抹消する場合がある。登録抹消された後、再度利用する場合は新規利用者同様、講習を受ける必要がある。

附則

この規約は平成 21 年 7 月 1 日から施行する。